

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-20631

(43) 公開日 平成9年(1997)1月21日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K	7/48		A 6 1 K	7/48
	7/00			7/00 J
	7/02			7/02 P
// A 6 1 K	7/032			7/032

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願平7-173308	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成7年(1995)7月10日	(72) 発明者	桑田 敏 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(72) 発明者	井口 良範 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(74) 代理人	弁理士 山本 亮一 (外1名)

(54) 【発明の名称】 化粧料

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 シリコン系の粉体が配合され、伸展性や塗  
擦感が改良された化粧料の提供。

【解決手段】 シリコンゴム球状微粒子にポリオルガ  
ノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコン粉  
体を含有することを特徴とする化粧料。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコーン粉体を含有することを特徴とする化粧料。

【請求項2】 前記複合シリコーン粉体が、平均粒径0.1~100  $\mu\text{m}$ のシリコーンゴム球状微粒子 100重量部にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂 1~500 重量部を被覆したものである請求項1に記載の化粧料。

【請求項3】 前記複合シリコーン粉体が、平均粒径0.1~100  $\mu\text{m}$ のシリコーンゴム球状微粒子の水分散液に、アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させたのち乾燥させて得られたものである請求項1または請求項2に記載の化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコーン粉体を配合することにより、伸展性、塗擦感が改良されたメイクアップ化粧料、パウダー状化粧料等の化粧料に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来から、粉体を配合した化粧料が一般に広く用いられているが、これらは肌に対する伸展性、塗擦感の改良が求められている。この要請に対して、無機複合粉体をフッ素化合物で処理したもの（特開平6-79163号公報参照）、粉体類をメチルヒドロジェンポリシロキサンなどで処理したもの（特開平5-112430号公報参照）、アクリルシリコーン系グラフトコポリマー被覆の疎水性粉体（特開平5-339125号公報参照）、金属酸化物被覆のチタン酸カリウムからの体質顔料（特開平5-163117号公報参照）、ヒドロジェンポリシロキサンで表面処理したキトサン粉末（特開平5-86102号公報参照）、窒化物の微小板状基体を染料／金属酸化物で被覆した顔料（特開平5-279594号公報参照）、鱗片状シリカ（特開平6-87720号公報参照）、コラーゲン繊維の超微細粉体（特開平6-107522号公報参照）、フォトクロミック性をもつ酸化チタン系化合物（特開平5-17152号公報参照）、球状微粒子のポリアミド粉体（特開平5-70598号公報参照）などを配合した化粧料が提案されている。しかしながら、これらの粉体はいずれも特性が不十分であったり、製造が困難なため品質が不安定であったりするものであった。

【0003】また、シリコーン樹脂粉体としてポリメチルシルセスキオキサン粉末を配合したメイクアップ化粧料が提案されており（特開昭63-297313号公報参照）、ある程度特性向上が可能であるが、塗擦感に劣るものであった。さらに、従来のシリコーンゴム粉体は、それ自体の柔軟性は良好なものの、化粧料に配合した時に伸

展性や塗擦感を向上させることができなかった。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】前記のような状況から、本発明は、化粧料に配合するためのシリコーン系の粉体について検討し、この粉体を用いて伸展性や塗擦感が改良された化粧料を開発することを目的としてなされたものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の課題を解決するため鋭意検討を行った結果、本発明に到達し課題を解決したのであり、この本発明の化粧料は、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコーン粉体を含有することを特徴とするものである。以下に本発明についてさらに詳細に説明する。

【0006】本発明で使用する複合シリコーン粉体は、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆したものである。本発明の目的を達成するためには、前記シリコーンゴム球状微粒子の平均粒径は0.1~100  $\mu\text{m}$ であることが好ましく、特に1~30  $\mu\text{m}$ であることが好ましい。また、このシリコーンゴム球状微粒子 100重量部に対しポリオルガノシルセスキオキサン樹脂 1~500 重量部を被覆することが好ましく、特に5~100 重量部被覆することが好ましい。ポリオルガノシルセスキオキサン樹脂で被覆する方法としては、前記シリコーンゴム球状微粒子の水分散液に、アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解縮合反応させるとよく、この方法により本発明で使用するのに好適なものを製造することができる。

【0007】このシリコーンゴム球状微粒子は、分子構造式中に一般式（1）



（ここに $R^1$ はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリール基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基、 $\beta$ -フェニルエチル基、 $\beta$ -フェニルプロピル基などのアルキル基、クロロメチル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基などの1価ハロゲン化炭化水素基、さらにはエポキシ基、アミノ基、メルカプト基、アクリロキシ基、メタクリロキシ基などの反応性基含有の有機基から選択される1種または2種以上の炭素数1~20の1価の基で、その90モル%以上がメチル基であることが好ましいものであり、 $a$ は5未満では表面平滑性に乏しい塗擦感の良くないものとなるし、 $a$ の最大値は特に定めるものではないが、実際に5,000より大きいとシリコーンゴム球状微粒子の製造が困難となるために、 $a$ は5~5,000、好ましくは10~1,000の数）で示される線状オルガノポリシロキサンプロックを有する分子の、ゴム弾性を

もつ球状の硬化物からなるものである。

【0008】また、この球状微粒子は平均粒径が  $0.1\mu\text{m}$  未満では粒子の流動性が低くなり、凝集性も高くなるし、 $100\mu\text{m}$  を超えると得られる化粧料が伸展性に劣るものとなるため、これは平均粒径が  $0.1\sim 100\mu\text{m}$  のものとするのが好ましく、特に好ましい範囲は  $1\sim 30\mu\text{m}$  である。

【0009】このシリコーンゴム球状微粒子の製造における架橋方式としては、メトキシシリル基 ( $\equiv\text{SiOCH}_3$ ) とヒドロキシシリル基 ( $\equiv\text{SiOH}$ ) との縮合反応、メルカプトシリル基 ( $\equiv\text{SiSH}$ ) とビニルシリル基 ( $\equiv\text{SiCH}=\text{CH}_2$ ) との付加反応、ビニルシリル基 ( $\equiv\text{SiCH}=\text{CH}_2$ ) と  $\equiv\text{SiH}$  基との付加反応によるものなどが例示されるが、反応性、反応工程上の点からは特に後者の付加反応によるものが好ましく、これには (a) ビニル基含有オルガノポリシロキサンと (b) オルガノハイドロジェンポリシロキサンを (c) 白金系触媒の存在下で付加反応させ硬

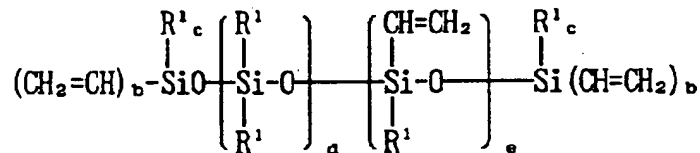
化させる組成物を用いることが好ましい。

【0010】上記 (a) 成分はシリコーンゴム球状微粒子を与えるオルガノポリシロキサンの主成分であり、

(c) 成分の触媒作用により (b) 成分と付加反応して硬化する成分である。(a) 成分は1分子中にけい素原子に結合したビニル基を少なくとも2個有することが必要であり、このビニル基は分子のどの部分に存在してもよいが、分子の末端に存在することが好ましい。ビニル基以外のけい素原子に結合した有機基としては前述の  $\text{R}^1$  と同様の1価の有機基から選択されるものが挙げられるが、その90モル%以上がメチル基であることが望ましい。また、このものの分子構造は直鎖状であっても少量の分岐が混在したものであってもよく、本成分の分子量も特に限定されるものではない。

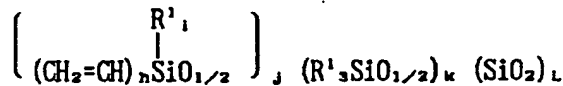
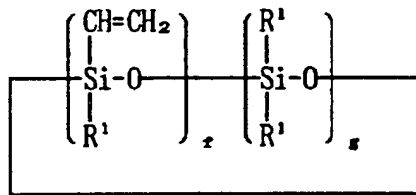
【0011】この (a) 成分としては、例えば下記一般式

【化1】



(ここでb及びcは0、1、2または3、且つb+c=3であり、dは正数、eは0または正数、且つ2b+e $\geq$ 2である。)、

【化2】



(ここでhは1、2または3、iは0、1または2、且つ(h+i)=3であり、j、k及びlは正数である。)などで示されるものが挙げられる。

【0012】つぎに上記の成分 (b) は成分 (a) の架橋剤であり、本成分中のけい素原子に結合した水素原子が成分 (c) の触媒作用により成分 (a) 中のビニル基と付加反応して硬化する。従ってこの (b) 成分は1分子中にけい素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有することが必要であり、この水素原子以外のけい素原子に結合した有機基は前述の  $\text{R}^1$  と同様の1価の有機基から選択されるものであるが、その90モル%以上がメチル基であることが好ましい。この (b) 成分の分子構造は特に限定されるものではなく、直鎖状、分岐状または環状の何れでも、またはこれらの混在したものであっても

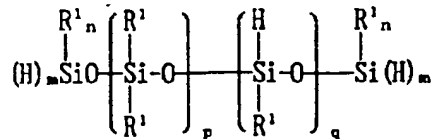
(ここでfは2以上の整数、gは0または正の整数、且つ(f+g)は4~8である。)、

【化3】

よく、分子量にも特に限定はないが、成分 (a) との相溶性を良好にするために、25℃の粘度を  $1\sim 10,000\text{cP}$  とすることが好ましい。また、この成分の添加量は (a) 成分中のビニル基1個に対し本成分のけい素原子に結合した水素原子が0.5個未満となるような量の場合には良好な硬化性を得にくく、水素原子が20個を超えるような量の場合には硬化後のゴムの物理的性質が低下するので、この水素原子が0.5~20個、好ましくは0.5~5個となる量とすればよい。

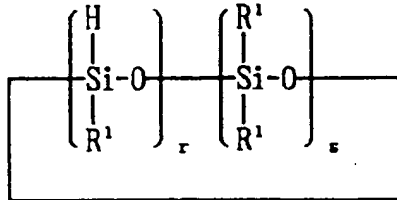
【0013】この成分 (b) としては、例えば下記一般式

【化4】



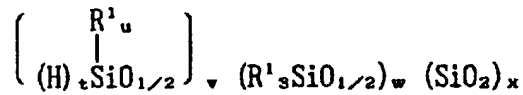
(ここでmは0または1、nは2または3、且つm+n=3であり、pは0または正数、qは0または正数、且つ2m+q≥2である。)、

【化5】



(ここでrは2以上の整数、sは0または正の整数、且つ(r+s)は4~8である。)、

【化6】



(ここでtは1、2または3、uは0、1または2、且つ(t+u)=3であり、v、w及びxは正の整数である。)などで示されるものが挙げられる。

【0014】成分(c)はけい素原子に結合したビニル基と、けい素原子に結合した水素原子とを付加反応させる触媒であり、例えば白金担持カーボンあるいはシリカ、塩化白金酸、白金-オレフィン錯体、白金-アルコール錯体、白金-リン錯体、白金配位化合物等が挙げられる。この成分の使用量は、成分(a)に対し白金原子の量で1ppm未満では硬化が遅くなるうえ触媒毒の影響を受けやすい一方、100ppmを超えても特に硬化速度の向上等を期待することができず経済性の面で好ましくない。1~100ppmとなる範囲が好ましい。

【0015】シリコーンゴム球状微粒子は、上記した(a)成分を(c)成分の存在下で(b)成分と付加反応させて硬化させる際に、球状微粒子とすることにより製造できるが、これには(a)成分、(b)成分及び(c)成分の混合物を高温のスプレードライ中に硬化させる方法、有機溶媒中で硬化させる方法、エマルジョン状の混合物としたのち硬化させる方法などがある。これらの中では、本発明に用いられる複合シリコーン粉体の製造においてシリコーンゴム球状微粒子を水分散液として使用するとよいことから、エマルジョン状の混合物としたのちエマルジョン粒子中で硬化させる方法とすることが好ましい。

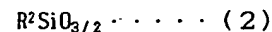
【0016】この方法においては、まず上記した(a)成分としてのビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b)成分としてのオルガノハイドロジェンポリシロキサンの所定量を混合してオルガノポリシロキサン組成物

を調製し、次いで得られた組成物に水と界面活性剤を添加した上で、市販のホモキサーなどを用いてこれをエマルジョン化する。ここに使用する界面活性剤としては、硬化反応に悪影響を及ぼすことの少ないポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル及びグリセリン脂肪酸エステルなどのノニオン系界面活性剤から選択することが好ましい。界面活性剤の添加量はエマルジョン100重量部に対して0.01重量部より少ないと微細な粒子とすることができず、20重量部より多くすると後記する後工程でのポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆させることが困難となるので、0.01~20重量部の範囲とすることが必要であるが、好ましい範囲は0.05~10重量部である。

【0017】また、このエマルジョン中における上記した(a)成分としてのビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b)成分としてのオルガノハイドロジェンポリシロキサンの含有量は、これらがエマルジョン100重量部中に1重量部より少ないと効率的に不利となるし、80重量部より多くすると独立した硬化粒子のエマルジョンとすることができなくなるので、1~80重量部の範囲、より好ましくは10~60重量部の範囲とするのがよい。なお、このシリコーンゴム球状微粒子中にシリコーンオイル、シラン、無機系粉末、有機系粉末などを含有させる場合には、このエマルジョン化をする際に(a)成分と(b)成分からなるオルガノポリシロキサン組成物中にこれらを混合しておけばよい。

【0018】このようにして調製されたエマルジョンは、ついで(c)成分としての白金系触媒を添加してオルガノポリシロキサンを硬化させることによりシリコーンゴム硬化物の分散体とする。この白金系触媒には公知の反応制御剤を添加してもよいし、白金系触媒及び反応制御剤が水に分散し難いものである場合には界面活性剤を用いて水分散が可能となるようにしてから添加してもよい。このように触媒で硬化させることにより平均粒径が0.1~100μmであるシリコーンゴム球状微粒子の水性分散液を得ることができる。

【0019】本発明に用いられる複合シリコーン粉体はこのシリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が被覆されたものであるが、このポリオルガノシルセスキオキサンはつぎの一般式(2)



で示されるシロキサン単位を構成単位とする樹脂状の重合体である。この式中のR<sup>2</sup>はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリール基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基、β-フェニルエチル基、β-フェニルプロピル基などのアラルキル基、クロロメチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基などの1価ハロゲン化炭化水素基、さらにはエポキシ基、アミノ基、メルカプト基、

アクリロキシ基、メタクリロキシ基などの反応性基を有する1価の有機基から選択される1種または2種以上からなる炭素数1~20個の有機基である。なお、このR<sup>2</sup>はその50モル%以上がメチル基であることが好ましく、上記したR<sup>2</sup>SiO<sub>3/2</sub>単位他にその被覆性を損なわない範囲で少量のR<sup>2</sup><sub>2</sub>SiO<sub>2/2</sub>単位、R<sup>2</sup><sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>単位、SiO<sub>2</sub>単位が含有されていてもよい。

【0020】このポリオルガノシルセスキオキサン樹脂はシリコーンゴム球状微粒子の表面全面を均一に被覆していてもよいし、表面の一部を被覆していてもよいが、このポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の量はこれがシリコーンゴム球状微粒子の100重量部に対し1重量部未満では得られる複合シリコーン粉体の流動性、分散性が乏しくなり、500重量部より多くなると得られる化粧料の塗擦感が劣るものとなるので、1~500重量部とすること、特に5~100重量部とすることが好ましい。

【0021】つぎに、本発明に用いられる複合シリコーン粉体の製造方法としては、前記したように平均粒径が0.1~100 μmであるシリコーンゴム球状微粒子の水性分散液に、アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加してオルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させる方法がよいが、その場合にはシリコーンゴム球状微粒子は水に分散した形で使用されるので、これには前記した方法で製造された水分散液をそのまま使用してもよいし、これをさらに水で希釈して使用してもよい。なお、このシリコーンゴム球状微粒子の水性分散液100重量部中におけるシリコーンゴム微粒子の量は、これが1重量部未満では目的とする複合シリコーン粉体の生成効率が低くなるし、60重量部より多くするとポリオルガノシルセスキオキサン樹脂をシリコーンゴム球状微粒子に被覆させることが困難となり、粒子の凝集、融着が生じることもあるので、これは1~60重量部の範囲、好ましくは5~40重量部とすることがよい。

【0022】また、この水分散液中におけるシリコーンゴム球状微粒子の分散性を上げるため、また後記するポリオルガノシルセスキオキサン樹脂のシリコーンゴム球状微粒子表面への均一な被覆のために、この水分散液には界面活性剤を添加してもよい。この界面活性剤の種類については特に制限はなく、これには例えば第4級アンモニウム塩、アルキルアミン塩等の陽イオン系界面活性剤、アルキルベタイン等の両性イオン系界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル等の非イオン系界面活性剤、有機スルホン酸塩、アルキル硫酸塩エステル等の陰イオン系界面活性剤などが挙げられるが、これらの中の1種または2種以上を使用することができる。これにはシリコーンゴム球状微粒子の水性分散液を製造する際に用いた界面活性剤をそのまままで充てることもできる。

【0023】シリコーンゴム球状微粒子の水性分散液に添加するアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液は、後記するオルガノトリアルコキシシランの加水分解と縮合を促進させるために使用されるものである。アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液の添加後の水性分散液のpHが10.0よりも低いと、オルガノトリアルコキシシランの加水分解と縮合が十分に進行せず、またそれに伴って粒子相互の融着を生じる場合もあり、またpHが13.0よりも高いと、オルガノトリアルコキシシランの加水分解速度が大きくなりすぎるため、シリコーンゴム球状微粒子表面以外の部分で加水分解反応を生じ、シリコーンゴム球状微粒子表面上にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を効率よく生成させることが困難となるので、pHが10.0~13.0、特に10.5~12.5の範囲となるようにするのが好適である。

【0024】このアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液は、オルガノトリアルコキシシランの加水分解と縮合反応の触媒作用を有する限り任意のものであってよいが、通常は、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム等のアルカリ金属水酸化物、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等のアルカリ土類金属水酸化物、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム等のアルカリ金属炭酸塩、アンモニアまたはモノメチルアミン、ジメチルアミン、モノエチルアミン、ジエチルアミン、エチレンジアミン等のアミン類、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド等の四級アンモニウムヒドロキシドなどとすればよく、これらの中では水への溶解性、触媒活性に優れ、かつ揮発させることにより複合シリコーン粉体から容易に除去可能であることからアンモニアが最も好適であり、これには一般に市販されているアンモニア水溶液（濃度28重量%）を用いればよい。

【0025】また、オルガノトリアルコキシシランは加水分解、縮合反応させて、シリコーンゴム球状微粒子表面にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を形成させるためのものであるが、このオルガノトリアルコキシシランとしては一般式(3)



(ここにR<sup>2</sup>は前記と同じ1価の有機基、R<sup>3</sup>はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの炭素数1~6のアルキル基)で表されるもの、例えばメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリアプロポキシシラン、メチルトリブトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、N-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3,3,3-トリフロロプロピルトリメトキシシラン、3,3,4,4,5,5,6,

6, 6-ノナフロロヘキシルトリメトキシシラン、3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9, 10, 10, 10-ヘプタデカフロロデシルトリメトキシシラン等を、単独あるいは2種以上の組合せで使用することができる。

【0026】このオルガノトリアルコキシシランの添加量は、シリコーンゴム球状微粒子の水性分散液の水 100重量部に対して、これが多すぎると塊状物の発生するおそれがあるので、20重量部以下とすることがよい。また、加水分解と縮合時に攪拌があまり強いと、特にオルガノトリアルコキシシランの使用量が多い時に、粒子同士の凝集あるいは融着を生じる傾向があるので、できるだけ穏やかな条件で攪拌を行うことが好ましい。用いる攪拌装置としては、一般にプロペラ翼、平板翼等が好適である。なお、反応温度は0℃未満では液が凝固してしまい、60℃より高くすると生成したポリオルガノシルセスキオキサンのみからなる粒子が生成し、粒子相互が凝集あるいは融着することがあるので、0~60℃、特に5~20℃の範囲とすることがよい。

【0027】加水分解、縮合反応のためのアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液の添加はオルガノトリアルコキシシランの添加と同時に進めても、オルガノトリアルコキシシラン添加後のいずれに行ってもよいが、オルガノトリアルコキシシランの添加量が多い場合には予めシリコーンゴム球状微粒子の水性分散液に添加しておくのがよい。オルガノトリアルコキシシランは反応系に一度に全量添加してもよいが、その量が多いときにはこれを一度に添加すると粒子相互に凝集あるいは融着が生ずることがあるので、時間をかけて徐々に少量ずつ添加するのがよい。反応中における攪拌はオルガノトリアルコキシシランの添加終了後も、加水分解、縮合反応が完結するまではしばらく継続しておくのがよいが、この加水分解、縮合反応を完結させるためには加熱を行ってもよく、さらに必要であれば反応終了後に酸性物質を添加して中和を行ってもよい。

【0028】反応終了後は、例えば加熱脱水、ろ過、遠心分離、デカンテーション等の方法により分散液を濃縮した後に必要に応じて水洗を行い、さらに常圧もしくは減圧下での加熱乾燥、気流中に分散液を噴霧するスプレードライ、流動熱媒体を使用しての加熱乾燥などにより水分の除去を行えば、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した目的とする複合シリコーン粉体が得られるが、得られたものが若干凝集を生じている場合には、ジェットミル、ボールミル、ハンマーミルなどの粉砕機を適宜使用して解砕を行ってもよい。

【0029】本発明の化粧料には、上記の複合シリコーン粉体の他に、一般的に用いられる粉体類、結合油剤、界面活性剤、香料、防腐剤、溶剤などを任意に配合することができる。

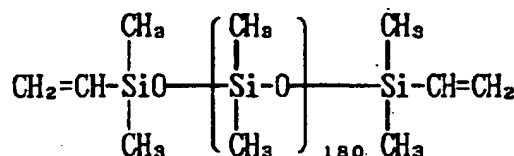
【0030】本発明の化粧料の製造は従来公知の方法で行えばよい。例えば、前記複合シリコーン粉体を他の粉体類とともにヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、Vブレンダー、らいかい機、ナウターミキサーなどの混合機を用いて混合すればよい。さらにこの混合物を別途に溶解あるいは分散混合した結合油剤、界面活性剤などと、リボンブレンダー、プラネタリーミキサーなどを用いて混合すればよい。その後に必要に応じてプレス成形等を行い化粧料を得ることができる。また、本発明の化粧料としては、ファンデーション類、各種クリーム類、防臭パウダー、プレストパウダー、おしろいパウダー、ひげそりパウダーなどのパウダー製品類、口紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナーなどのメイクアップ化粧料、ドライシャンプー、化粧落としなどの洗浄料類、ロールオン、スプレーなどの各種制汗剤等が挙げられるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0031】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施の形態を例を挙げて説明する。なお、例中の部は重量部を、%は重量%を示す。また、粘度は25℃における測定値を示す。

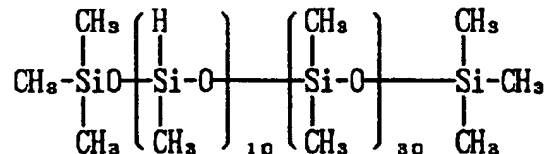
【製造例1】式

【化7】



で示される粘度が600cStのメチルビニルシロキサン50gと、式

【化8】



で示される粘度が30cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン20gを、容量1リットルのガラスビーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合したのち、ポリオキシエチレン（付加モル数=9モル）オクチルフェニルエーテル1g、水150gを加えて6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起り増粘が認められたが、さらにそのまま2,000rpmで攪拌を行いながら水329gを加えたところ、O/W型エマルジョンが得られた。

【0032】について、このエマルジョンを錨型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液（白金含有量0.05%）1gとポリオキシエチレン（付加モル数=9モル）オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加

し、12時間反応を行ったところ、分散液（以下シリコーンゴム球状微粒子水分分散液-1と呼称）が得られたが、この分散液中の粒子の平均粒径をコールターカウンター（コールターエレクトロニクス社製）を用いて測定したところ15 $\mu$ mであった。

【0033】3リットルのガラスフラスコに水2,290g、上記で得られたシリコーンゴム球状微粒子水分分散液-1を580g、およびアンモニア水（濃度28重量%）60gを仕込み、水温を10℃とし、翼回転数200rpmの条件で錨型攪拌翼により攪拌を行った。このときの液のpHは11.2であったが、この液にメチルトリメトキシシラン65gを20分かけて滴下し、この間液温を5~15℃に保ち、さらに4時間攪拌を行ったのち、55~60℃まで加熱し、引き続き1時間攪拌を行い、得られた液を加圧ろ過器を用いて水約30%のケーキ状物とした。

【0034】について、このケーキ状物を熱風循環乾燥機中で105℃の温度で乾燥し、乾燥物をジェットミルで粉碎した。得られたシリコーン粉体を光学顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認されたが、これについては界面活性剤を用いて水に分散させてその平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ15 $\mu$ mであった。また、このシリコーン粉体は重量分析により、シリコーンゴム球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部被覆されたものであった。この得られたシリコーン粉体（複合シリコーン粉体-1と呼称する）は手指間で擦り合せたとき極めて平滑性に富むものであった。

【0035】【製造例2】製造例1のメチルトリメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン55gと $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン10gの混合物としたほかは製造例1と同様にしてシリコーン粉体を作製した。得られた粉体を光学顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認されたが、これについては界面活性剤を用いて水に分散させてその平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ15 $\mu$ mであった。また、このシリコーン粉体は重量分析により、シリコーンゴム球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が11重量部被覆されたものであった。この得られたシリコーン粉体（複合シリコーン粉体-2と呼称する）は手指間で擦り合せたとき極めて平滑性に富むものであった。

【0036】【製造例3】前記した製造例1におけるO/W型エマルジョン作製時に使用したポリオキシエチレン（付加モル数=9モル）オクチルフェニルエーテル1gを5gとし、製造例1と同様にしてシリコーンゴム球状微粒子水分分散液（以下、シリコーンゴム球状微粒子水分分散液-2と呼称）を得たが、この分散液中の粒子の平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ3 $\mu$ mであった。このシリコーンゴム球状微粒子水分分散液-2をシリコーンゴム球状微粒子水分分散液-1の代りに使

用したほかは、製造例1と同様にしてシリコーン粉体を作製した。得られた粉体を光学顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認されたが、これについては界面活性剤を用いて水に分散させてその平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ3 $\mu$ mであった。また、このシリコーン粉体は重量分析により、シリコーンゴム球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部被覆されたものであった。この得られたシリコーン粉体（複合シリコーン粉体-3と呼称する）は手指間で擦り合せたとき極めて平滑性に富むものであった。

【0037】【実施例1】下記の成分を用いてファンデーションを作製した。

成分1：タルク	61.0部
酸化チタン	10.0部
複合シリコーン粉体-1	10.0部
成分2：ステアリン酸	1.5部
モノステアリン酸グリセリン	0.5部
ミリスチルアルコール	0.5部
流動パラフィン	15.0部
成分3：トリエタノールアミン	0.5部
ポリエチレングリコール	1.0部
防腐剤	適量
香料	適量

成分2を85℃に加熱し均一に溶解した。攪拌しながら82℃に調整した成分3を加えて室温まで冷却した。これをヘンシェルミキサー内で5分間混合した成分1に香料とともに加えてリボンミキサーで混合後、粉碎して均一物とした。ついでプレス成形して製品とした。

【0038】【比較例1】実施例1において複合シリコーン粉体-1 10.0部の代わりにセリサイト10.0部を用いた他は実施例1と同様にしてファンデーションを得た。

【0039】【実施例2】下記の成分を用いてアイシャドウを作製した。

成分1：マイカチタン	60.0部
複合シリコーン粉体-2	15.0部
ラウリン酸亜鉛	10.0部
成分2：流動パラフィン	10.0部
ハルミチン酸オクチル	5.0部
酸化防止剤	適量
防腐剤	適量
香料	適量

成分1をヘンシェルミキサーに入れ5分間混合した。これに均一に混合溶解した成分2を加えてリボンミキサーで混合後、粉碎して均一物とした。ついでプレス成形して製品とした。

【0040】【比較例2】製造例1において得られたシリコーンゴム球状微粒子水分分散液-1を、加圧ろ過により含水量約30%のケーキ状物にした後、熱風循環式乾燥

機中で 105℃で乾燥し、得られたシリコーン粉体を光学顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認されたが、これについて製造例1と同様に平均粒径を測定したところ15 $\mu$ mであった。得られたシリコーン粉体をシリコーンゴム粉体-1と呼称する。実施例2において複合シリコーン粉体-2 15.0部の代わりにシリコーンゴム粉体-1 15.0部を用いた他は実施例2と同様にしてアイシャドウを得た。

【0041】〔実施例3〕下記の成分を用いて防臭パウダーを作製した。

成分1：酸化亜鉛	5.0部
トリクロサン	0.1部
タルク	84.9部
複合シリコーン粉体-3	5.0部
成分2：流動パラフィン	5.0部
香料	適量

成分1をヘンシェルミキサーに入れ5分間混合した。これに、予め均一溶解した成分2を噴霧し、粉碎を行い製品とした。

【0042】〔比較例3〕実施例3において複合シリコーン粉体-3 5.0部を球状ポリメチルシルセスキオキ

サン粉体（平均粒径3 $\mu$ m）に代えた他は実施例3と同様にして防臭パウダーを得た。

【0043】以上の実施例及び比較例で得られた化粧料について、女性10名により使用テストを行った。評価結果は表1のとおりであるが、表中の数値は各評価項目について良好と評価した人数を示す。

【表1】

例No.	伸展性	塗擦感
実施例1	10	10
〃 2	10	10
〃 3	9	9
比較例1	5	6
〃 2	4	4
〃 3	6	5

【0044】

【発明の効果】本発明の化粧料は、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコーン粉体を含有することを特徴とするが、これにより、伸展性と塗擦感に優れたものとなる。



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**